

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-294700  
(43)Date of publication of application : 10.11.1995

(51)Int.Cl. G21K 5/00  
C01B 31/06  
C23C 14/06  
C23C 16/02  
C23C 16/26  
C23C 16/56  
C23F 1/00  
H01J 35/18

(21)Application number : 07-083894 (71)Applicant : UK ATOMIC ENERGY AUTHORITY  
(22)Date of filing : 10.04.1995 (72)Inventor : PAUL RAYMOND CHALKER

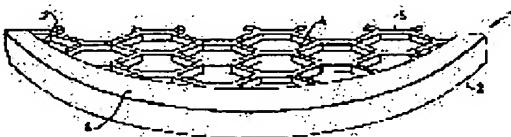
(30)Priority  
Priority number : 94 9407073 Priority date : 09.04.1994 Priority country : GB

**(54) X-RAY WINDOW**

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To form an X-ray window durable to a differential pressure equal to or higher than atmospheric pressure and to improve an X-ray transmissivity by forming a diamond film on one surface of a monolithic support rib array and thereby increasing a mechanical strength thereof.

**CONSTITUTION:** A diamond layer is deposited on a substrate material to produce the array of ribs 5, which is a support structure, on a exposed surface of the diamond layer and thereafter the substrate material is removed to obtain the X-ray window in which a circular film 1 on the one surface of the monolithic support rib 5 array of a monolithic structure. The diamond film comprises a flat plane 2 and a plane 3, on which an array of recesses 4 in the shape of a hexagon or in another shape (for example, a rectangle), and the array of ribs 5 are formed among the recesses 4. As a result, since a relatively thin film of about  $1\mu\text{m}$  is formed in a monolithic structure together with the support rib 5 array of about  $10\mu\text{m}$ , a mechanical strength is increased and thus there no need for support of the substrate. A ring portion 6 is left along the periphery of the film 1, which facilitates mounting of the X-ray window.



## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of

[rejection]

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-294700

(43)公開日 平成7年(1995)11月10日

(51) Int.Cl.<sup>a</sup>  
 G 21 K 5/00  
 C 01 B 31/06  
 C 23 C 14/06  
 16/02  
 16/26

識別記号 W  
 庁内整理番号 A  
 F 8414-4K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平7-83894  
 (22)出願日 平成7年(1995)4月10日  
 (31)優先権主張番号 9407073:7  
 (32)優先日 1994年4月9日  
 (33)優先権主張国 イギリス(GB)

(71)出願人 390040671  
 ユナイテッド キングドム アトミック  
 エナディ オーソリティ  
 UNITED KINGDOM ATOMIC  
 ENERGY AUTHORITY  
 イギリス オーエックス11 0アールエイ  
 オックスフォードシャー ディドコット  
 ハーウェル (番地なし)  
 (74)代理人 弁理士 中村 稔 (外6名)

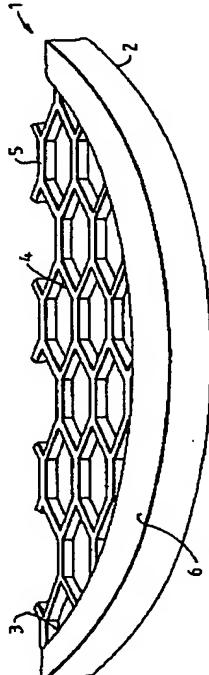
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 X線窓

## (57)【要約】

【目的】 本発明は、大気圧又はそれ以上の差圧に耐え、また、良好なX線透過率を有する改良されたダイヤモンドX線窓を提供することを目的とする。

【構成】 X線窓は、片面にダイヤモンドリブが一体の支持構造を提供するように形成されているダイヤモンドの膜を備える。また、X線窓の製造方法は、ダイヤモンド層を基板材料の上に堆積する工程と、リブのアレイをダイヤモンドの層の露出面の上に形成する工程と、基板材料を除去して、片面の上に形成された一体の支持リブのアレイを有するダイヤモンドの膜を作る工程とを有する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一体の支持構造を作るようダイヤモンドリブのアレイが、片面に形成されたダイヤモンドの膜を有するX線窓。

【請求項 2】 支持リブの間の膜の厚さは約 $1\text{ }\mu\text{m}$ であり、リブは約 $10\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有すること、を特徴とする請求項 1 に記載の X 線窓。

【請求項 3】 ダイヤモンド層を基板材料の上に堆積する工程と、リブのアレイをダイヤモンドの層の露出面上に形成する工程と、基板材料を除去して、片面の上に形成された一体の支持リブのアレイを有するダイヤモンドの膜を作る工程とを有する、X 線窓の製造方法。

【請求項 4】 ダイヤモンド層の露出面の選択された領域から材料を除去し、それによって一体の支持構造を提供するリブのアレイを作る工程を有すること、を特徴とする請求項 3 に記載の製造方法。

【請求項 5】 保護マスクをダイヤモンド層の露出面と強い放射線源との間に介在させる工程を有し、マスクは、材料を除去すべきダイヤモンド層の領域の輪郭を描くようになっており、ダイヤモンド層の前記領域での厚さが所定の値まで減縮されるまで、ダイヤモンド層を前記放射線にさらす工程を更に有すること、を特徴とする請求項 4 に記載の製造方法。

【請求項 6】 強い放射線はレーザー放射線であること、を特徴とする請求項 5 に記載の製造方法。

【請求項 7】 レーザー放射線は、アルゴンフルオリド又はクリプトンフルオリドレーザーであること、を特徴とする請求項 6 に記載の製造方法。

【請求項 8】 フォトリトグラフによって、保護マスクをダイヤモンド層の露出面に形成する工程を有し、保護マスクは材料を除去すべきダイヤモンド層の領域の輪郭を描くようになっており、更に、ダイヤモンド層の面の露出された領域を、化学エッティング剤と接触させて、ダイヤモンド層の面の露出された領域を所定値まで減縮させることを有すること、を特徴とする請求項 4 に記載の製造方法。

【請求項 9】 初めに均一な所定の厚さのダイヤモンドの層を基板の面上に形成する工程と、保護マスクをダイヤモンドの初めの層の面上に形成する工程とを有し、マスクは一体の支持リブのアレイが形成されるべき所に、ダイヤモンド層の領域の輪郭を描くようになっており、更に、ダイヤモンドの堆積を、所望の厚さの支持リブがダイヤモンド層に形成されるまで継続する工程と、保護マスクを除去する工程とを有すること、を特徴とする請求項 3 に記載の製造方法。

【請求項 10】 ダイヤモンドは、基板の前記面上にダイヤモンドの成長を容易にするために、核形成位置を提供するように基板の面を準備する工程と、基板を反応チャンバ内に設置する工程と、反応チャンバを排気する工程と、水素とメタンの混合物を反応チャンバに受け入れる工程とを有し、水素中のメタン濃度が流量で $0.5$ 乃至 $1.5\%$ の範囲であり、更に、反応チャンバ内の水素とメタンの混合物にプラズマを確立する工程と、反応チャンバ内の全気圧を $20$ 乃至 $50\text{ mbar}$ の範囲に維持する工程と、基板の温度を $500$ 乃至 $900^\circ\text{C}$ 内の一定温度に維持する工程と、反応をダイヤモンドの所定の厚さが堆積したときに終わらせる工程とを有すること、を特徴とする請求項 1 乃至 9 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

## 10 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は X 線窓に関し、より詳細には、ダイヤモンドで作られた X 線窓に関する。

## 【0002】

【従来技術】その名称が意味するように、X 線窓は、薄い、即ち、 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下、より詳細には $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下の、X 線に対して透明な単層であり、また、X 線装置の部分を形成する。しばしば、例えば、X 線分光計に関して、それらは大気圧又はそれ以上の差圧に耐えうる必要がある。X 線窓として使用するのに特に適する材料は、ダイヤモンドである。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、薄い単層の形態では、それは機械的に弱く、また基板で支持する必要がある。現在の技術は、比較的厚いシリコン基板の上に、蒸気相からダイヤモンドを成長させる。残念ながら、シリコンは X 線を比較的多く吸収するため、シリコン X 線窓のダイヤモンドは低い X 線透過率を有する。本発明の目的は、改良されたダイヤモンド X 線窓を提供することにある。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の 1 つの局面によれば、一体的な支持体を作るように、ダイヤモンドリブのアレイ(array) がその片面に形成された、ダイヤモンドの膜を有する X 線窓を提供する。本発明の他の局面によれば、ダイヤモンドの層を基板材料の上に堆積する工程と、リブのアレイをダイヤモンドの層の露出面上に形成する工程と、基板材料を除去し、その片面に形成された一体の支持リブのアレイを有するダイヤモンドの膜

30 を作る工程とを有する、X 線窓の製造方法を提供する。リブのアレイは、ダイヤモンドをダイヤモンドの層の露出面の選択された領域から除去し、又は、更に、ダイヤモンドをダイヤモンドの層の露出面の選択された領域の上に堆積させることによって形成される。ダイヤモンドは、化学的エッティング工程、イオンビームによる薄肉化、或いはアプレーションによって、ダイヤモンドの層の露出面の選択された領域から、除去されてもよい。後者の場合、アプレーションは、ダイヤモンドが強く吸収する、 $190$ 乃至 $250\text{ nm}$ の帯域の波長を有する放射線を生じるレーザーによって行うことができる。

【0005】基板は、シリコンで作られているのが好ましい。本出願では、ダイヤモンドの用語は、ダイヤモンドの多くの特性を有するが、ダイヤモンドの正結晶性構造を有しない、ダイヤモンドのような炭素を含むものと解されたい。本発明を、今、例示として添付の図面を参照して説明する。

#### 【0006】

【実施例】図面の図1を参照すると、本発明の実施例であるX線窓は、ダイヤモンドで作られた円形膜1からなる。膜1は平らな面2と、六角形の凹部4のアレイが形成された第2の面3とを有する。凹部4の間のランド(land)は、凹部4の間に一連のリブ5を形成する。その結果、支持リブのアレイと一緒に比較的薄い膜を提供する。X線窓の取付けを容易にするために、環部6が膜1の縁回りに残されている。凹部は六角形以外の形状であってもよく、例えば、それらは正方形であってもよい。図2を参照すると、図1に示すようなX線窓の製造方法は、下記の工程を有する。

1) マイクロ電子装置の製造に使用されるようなシリコンウエハの裏面に酸化被膜を形成する工程。

2) ウエハの1つの平面から、酸化被膜を選択的に除去して環部を形成する工程。

【0007】3) 面の上にダイヤモンドの層を成長させるために核形成位置を提供するように、ウエハの露出されたシリコン面を準備する工程。これは、機械的に、又は $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下のダイヤモンド粗粒を使用して、ウエハの露出した面を超音波研磨することによって行うことができる。

4) 更に、半導体の分野で公知の方法を使って、シリコンウエハの準備した面を清浄する工程。

5) シリコンウエハを成長室に、準備した面が、水素とメタンの混合物からなる気体反応媒体の作用に露出されるように設置する工程。

6) 反応チャンバを約 $10^{-6}$ トルの圧力まで排気し、水素とメタンの混合物をチャンバに受け入れ、メタン濃度は、流量で0.5乃至1.5%の範囲であり、プラズマを反応媒体内でマイクロ波放射線によって確立し、2.

45GHzの周波数が適当であり、反応チャンバ内の全気圧を20乃至50mbarの範囲に維持し、また、反応を、典型的には $10\text{ }\mu\text{m}$ の厚さのダイヤモンドの層が、シリコンウエハの露出した面に形成されるまで進行させる工程。堆積工程中、ウエハの温度は850と900°Cの間の一定温度に維持されるが、500と950°C

の間の温度を使用してもよい。

【0008】7) ウエハを反応チャンバから除去し、更に、標準的なフォトリトグラフの(photolithographic)

i) 技術を使用して、シリコンオキシドニトリドの環部を、シリコンウエハの縁回りに作る。

8) ウエハとダイヤモンド被覆を支持体で挟み、ダイヤモンド層の面を、ダイヤモンド膜に形成されるべき凹部4のアレイに対応する孔のアレイを有するトランスマスクを通して、レーザ放射線に露出する。レーザ放射線はダイヤモンドによって吸収され、引き続き、ダイヤモンドの黒鉛化/アブレーションが起こるような周波数を有する。ダイヤモンドのエッティングを、ダイヤモンドの層の厚さが約 $1\text{ }\mu\text{m}$ に減縮されるまで続ける。ArF( $193\text{ }\mu\text{m}$ )又はKrF( $248\text{ }\mu\text{m}$ )が、エンチニアリング工程用として適当なレーザである。

9) シリコンウエハは、次いで、標準の化学エッティング工程によって、ダイヤモンド膜から除去される。詳細に説明していないが図3に示す他の工程では、図1を参照して説明した工程のうちの工程1乃至6と同じであってもよい、初期のダイヤモンド堆積段階の後、SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>のパターンマスクをダイヤモンド層の露出面に堆積又は形成し、また、ダイヤモンド層は支持リブ5のアレイを構築する更なるダイヤモンド堆積工程を経る。次いで、マスクを化学的エッティング工程によって除去する。製造工程の最終段階は上述の如くである。

#### 【0009】

【発明の効果】本発明によれば、大気圧又はそれ以上の差圧に耐え、また、良好なX線透過率を有する改良されたダイヤモンドX線窓を提供することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の実施例であるX線窓の一部の斜視図である。

【図2】図2は、本発明の実施例であるダイヤモンド窓の製造方法のフローを示す図である。

【図3】図3は、本発明の実施例であるダイヤモンド窓の第2の製造方法のフローを示す図である。

#### 【符号の説明】

1 膜

2 面

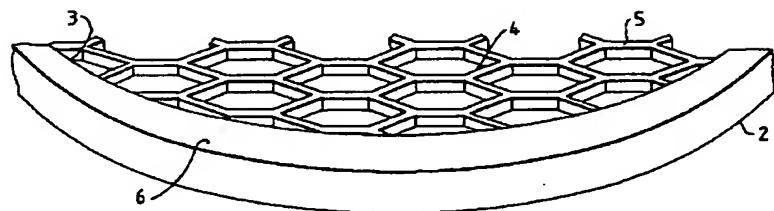
3 面

4 凹部

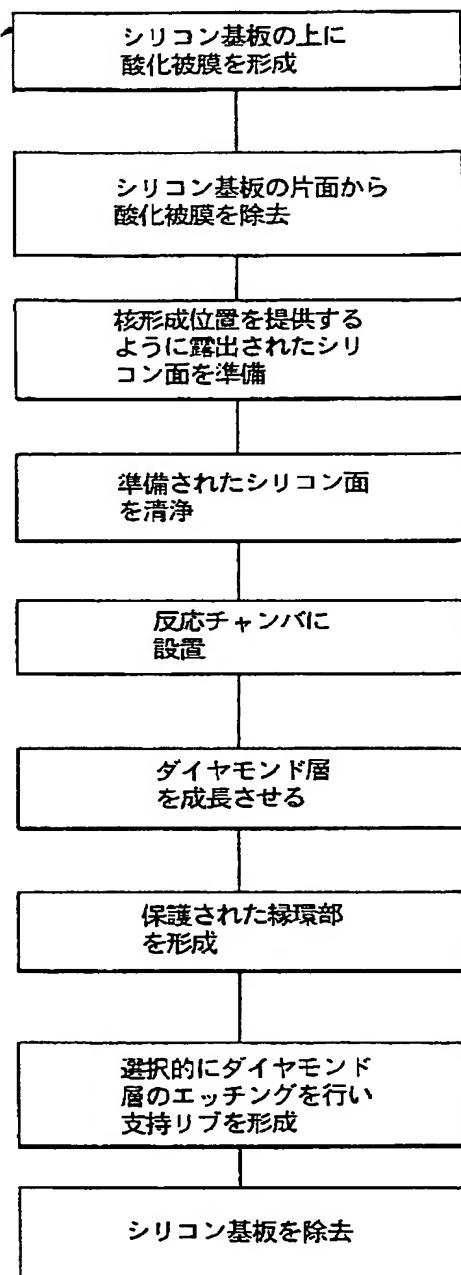
5 リブ

6 環部

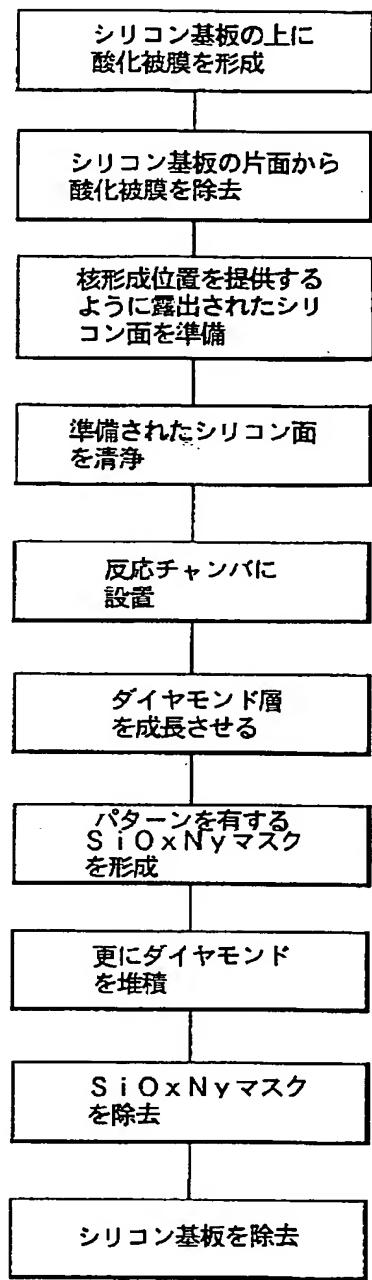
【図 1】



【図 2】



【図3】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

C 23 C 16/56

C 23 F 1/00

H 01 J 35/18

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 8417-4K

(72) 発明者 ポール レイモンド チョーカー  
イギリス オーエックス11 0アールエイ  
オックスフォードシャー ディドコット  
ハーウェル 329 ユナイテッド キン  
グドム アトミック エナジイ オーソリ  
ティ パテンツ デパートメント 内